



Process for making avionic structural elements from an Al-Si-Mg alloy

Patent number: EP1143027
Publication date: 2001-10-10
Inventor: DIF RONAN (FR); LEQUEU (FR)
Applicant: PECHINEY RHENALU (FR)
Classification:
- international: C22F1/05; C22F1/057; C22C1/08
- european: C22F1/057, C22F1/05
Application number: EP20010420078 20010403
Priority number(s): FR20000004456 20000407

Also published as:

 US200201429
 FR2807449 (A)

Cited documents:

 US5858134

Abstract of EP1143027

A method for the fabrication of aircraft structural elements from an aluminium alloy comprises the casting of a preformer with a specific composition, the hot, and possibly cold, transformation of this preformer to obtain a product, putting this product into solution at between 540 and 570 degrees C, annealing the product, the production of the structural element by forming and possibly welding and tempering the structural element, in one or more stages, at 175 degrees C for a time expressed in hours of between 160+57 gamma) and (-184+ 69 gamma), where gamma is the sum of the % composition by weight of Al + 2Mg + 2Cu.

The composition of the aluminium alloy is 0.7-1.3% Si, 0.6-1.1% Mg, 0.5-1.1% Cu, 0.3-0.8% Mn, less than 15 Zn, less than 0.3% Fe, less than 0.20% Zr, less than 0.25% Cr, with other elements each less than 0.05% and less than 0.15% in total, the rest being aluminium.

An Independent claim is included for the aircraft structural fuselage element fabricated by this method.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 143 027 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
10.10.2001 Bulletin 2001/41

(51) Int Cl.7: **C22F 1/05, C22F 1/057,
C22C 1/08**

(21) Numéro de dépôt: 01420078.6

(22) Date de dépôt: 03.04.2001

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: 07.04.2000 FR 0004456

(71) Demandeur: **Pechiney Rhenalu**
75116 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
• **Dif, Ronan**
38590 Saint-Etienne de Saint-Geoirs (FR)
• **Lequeu**
63960 Veyre-Monton (FR)

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al**
PECHINEY
Immeuble "SIS"
217 ,cours Lafayette
69451 Lyon Cedex 06 (FR)

(54) Procédé de fabrication d'éléments de structure d'avions en alliage d'aluminium Al-Si-Mg

(57) L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un élément de structure d'avion, notamment un élément de fuselage, à partir de produits laminés, filés ou forgés en alliage d'aluminium de composition (% en poids) :

Si: 0,7 — 1,3 Mg : 0,6 — 1,1 Cu : 0,5 — 1;
1 Mn : 0,3 — 0,8 Zn < 1 Fe < 0,30 Zr <
0,20 Cr < 0,25 autres éléments < 0,05 chacun et <
0,15 au total, reste aluminium, comportant :

- une mise en solution du produit entre 540 et 570°C,
- une trempe
- la réalisation de l'élément de structure par mise en

- forme du produit, et éventuellement soudage,
- le revenu de l'élément de structure, en un ou plusieurs paliers, pour lequel le temps équivalent total à 175°C exprimé en heures est compris entre (-160 + 57γ) et (-184 + 69γ), γ étant la somme des teneurs en % en poids Si + 2Mg + 2Cu.

L'invention conduit à une amélioration de la tolérance aux dommages sans perte sur les autres propriétés d'emploi.

EP 1 143 027 A1

Description**Domaine de l'invention**

- 5 **[0001]** L'invention concerne le domaine des produits laminés, filés ou forgés en alliage d'aluminium Al-Si-Mg de la série 6000 selon les désignations d'alliages de l'Aluminum Association, destinés à la fabrication d'éléments de structure d'avions, notamment d'éléments de fuselage.

Etat de la technique

10

[0002] Les fuselages des avions commerciaux sont réalisés pour la plupart à partir de tôles en alliage 2024 à l'état T3 ou T351, plaquées sur les deux faces d'un alliage d'aluminium peu chargé, par exemple un alliage 1050 ou 1070, dans le but d'améliorer la résistance à la corrosion. L'épaisseur du placage peut représenter, selon l'épaisseur de la tôle d'âme, entre 2 et 12% de l'épaisseur totale.

15

[0003] Depuis plusieurs années, on a proposé d'utiliser pour les panneaux de fuselage, à la place de l'alliage 2024 ou des alliages voisins, des alliages Al-Si-Mg de la série 6000. Ces alliages, également à traitement thermique, présentent de bonnes caractéristiques mécaniques à l'état traité, un module d'élasticité élevé et une densité plus faible que celle du 2024. Il s'agit de plus d'alliages facilement soudables, ce qui permettrait de réduire le nombre des assemblages rivetés, qui sont une source de surcoût, et également des sites de concentration de contraintes et d'initiation de corrosion.

20

[0004] Le brevet US 4589932 (Alcoa) décrit l'utilisation, pour des éléments de structure d'avions, d'un alliage, enregistré ultérieurement sous la désignation 6013, de composition (% en poids) :

Si : 0,4 - 1,2 Mg : 0,5 - 1,3 Cu : 0,6 - 1,1 Mn : 0,1 - 1 Fe < 0,6

Le brevet EP 0173632, au nom de la demanderesse, décrit un alliage, enregistré ultérieurement sous la désignation 6056, de composition :

25

Si : 0,9 - 1,2 Mg : 0,7 - 1,1 Cu : 0,3 - 1,1 Mn : 0,25 - 0,75 Zn : 0,1 - 0,7 Zr : 0,07 - 0,2 Fe < 0,3

Le brevet EP 0787217, également au nom de la demanderesse, concerne un traitement de revenu particulier, conduisant à un état T78, pour un alliage du type 6056, de manière à le désensibiliser à la corrosion intergranulaire, et à permettre ainsi son utilisation sans placage pour le fuselage des avions. Ce revenu se définit par une durée totale, mesurée en temps équivalent à 175°C, comprise entre 30 et 300 h, et de préférence entre 70 et 120 h. Ce développement a fait l'objet d'une communication de R. Dif, D. Béchet, T. Warner et H. Ribes : « 6056 T78 : A corrosion resistant copper-rich 6xxx alloy for aerospace applications » au congrès ICAA-6 (juillet 1998) à Toyohashi (Japon), et publié dans les Proceedings du congrès, pages 1991-1996.

30

La mise en forme des pièces se fait de préférence à l'état T4, dans lequel l'alliage 6056 présente une excellente formabilité. Le revenu est effectué sur les pièces formées et éventuellement soudées. L'utilisation du 6056 à l'état T78 conduit à une désensibilisation complète à la corrosion intergranulaire du joint soudé ou du produit de base, et à des caractéristiques mécaniques statiques équivalentes à celles du 2024 T3 ou T351 plaqué. Cependant, il est apparu souhaitable d'améliorer les résultats obtenus en ce qui concerne la tolérance aux dommages, tout en conservant les propriétés mécaniques statiques et la désensibilisation à la corrosion intergranulaire.

40

Objet de l'invention

[0005] L'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un élément de structure d'avion à partir de produits laminés, filés ou forgés en alliage d'aluminium comportant :

45

- la coulée d'une ébauche de composition (% en poids) :
Si : 0,7 - 1,3 Mg : 0,6 - 1,1 Cu : 0,5 - 1,1 Mn : 0,3 - 0,8 Zn < 1 Fe < 0,30 Zr < 0,20 Cr < 0,25 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste aluminium,
- la transformation à chaud, et éventuellement à froid, de cette ébauche pour donner un produit,
- 50 - la mise en solution du produit entre 540 et 570°C,
- la trempe du produit,
- la réalisation de l'élément de structure par mise en forme du produit, et éventuellement soudage,
- le revenu de l'élément de structure, en un ou plusieurs paliers, pour lequel le temps équivalent total à 175°C exprimé en heures est compris entre (-160 + 57γ) et (-184 + 69γ), γ étant la somme des teneurs en % en poids Si + 2Mg + 2Cu.

55

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'un élément de structure d'avion, dans lequel la composition des produits appartient à un domaine de composition préférentiel (% en poids) :

Si : 0,7 - 1,1 Mg : 0,6 - 0,9 Cu : 0,5 - 0,7 Mn : 0,3 - 0,8 Zr < 0,2 Fe < 0,2 Zn < 0,5 Cr < 0,25 Mg/Si < 1, Si + 2Mg : 2 - 2,6 autres éléments < 0,05 chacun et 0,15 au total, reste aluminium,

et le revenu a une durée comprise entre 40 et 65 h de temps équivalent total à 175°C.

Elle a aussi pour objet un élément de fuselage d'avion réalisé à partir de produits de la composition préférentielle indiquée ci-dessus.

Description des figures

[0006] La figure 1 représente, sous forme de courbes de Wöhler, la durée de vie en fatigue d'échantillons selon l'exemple 1 à l'état T6 et T78, avant et après exposition prolongée en atmosphère marine.

La figure 2 représente les résultats des essais de corrosion intercrystalline en fonction de la limite d'élasticité sens TL à l'état T4 pour les échantillons des exemples 6 et 7.

Description de l'invention

[0007] L'invention repose sur la constatation qu'à l'intérieur du domaine de composition et de revenu décrits dans le brevet EP 0787217, il existe un domaine restreint reliant les éléments majeurs de la composition (Si, Mg et Cu) et le temps équivalent total à 175°C du revenu, tel que ce paramètre est défini dans EP 0787217, domaine pour lequel on obtient, par rapport aux résultats divulgués dans les exemples de ce brevet européen, une amélioration des caractéristiques mécaniques statiques et de la tolérance aux dommages, sans influence néfaste sur la sensibilité à la corrosion intercrystalline. On peut ainsi relier à chaque composition d'alliage un facteur γ égal à la somme des teneurs (en % en poids) Si + 2Mg + 2Cu, et à ce facteur γ une plage de temps équivalent à 175°C pour le revenu comprise (en heures) entre $(-160 + 57\gamma)$ et $(-184 + 69\gamma)$, et de préférence entre $(-150 + 57\gamma)$ et $(-184 + 69\gamma)$.

Plus particulièrement, les inventeurs ont mis en évidence qu'en déchargeant l'alliage par rapport aux compositions des exemples du brevet européen, c'est-à-dire en se plaçant plutôt dans la partie basse des plages de teneurs pour ces 3 éléments, tout en s'efforçant que ces éléments soient mis en solution aussi complètement que possible, l'alliage devenait moins sensible à la corrosion intercrystalline à sur-revenu donné, et que par conséquent, on pouvait le désensibiliser avec un sur-revenu moins poussé. Ainsi, dans le domaine de composition préférentiel mentionné plus haut, avec notamment Cu < 0,7% et Si + 2Mg < 2,6%, le temps équivalent à 175°C du revenu pour atteindre l'état T78 avec désensibilisation totale se situe entre 40 et 65 h, soit en dessous de la plage préférentielle (70 à 120 h) indiquée dans le brevet EP 0787217. Cependant, pour obtenir une résistance mécanique suffisante, il est nécessaire de maintenir Cu > 0,5% et Si + 2Mg > 2,0 et de préférence > 2,3%.

Dans ce domaine de composition préférentiel, associé à un revenu T78 à temps équivalent à 175°C compris entre 40 et 65 h, on peut obtenir, outre une désensibilisation complète à la corrosion intercrystalline, le niveau de propriétés suivant en matière de caractéristiques mécaniques statiques, de ténacité et de vitesse de propagation de fissures

- une limite d'élasticité $R_{0,2}$ (sens TL) > 330 MPa, une résistance à la rupture R_m (sens TL) > 360 MPa et un allongement A (sens TL) > 8%.
- une ténacité en contrainte plane, mesurée dans le sens T-L, selon la norme ASTM E561, telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :

$$\begin{aligned} K_R (\Delta a = 20 \text{ mm}) &> 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_R (\Delta a = 40 \text{ mm}) &> 115 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_{c0} &> 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_c &> 110 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

[0008] Les mesures sont effectuées sur une éprouvette CCT de largeur W = 760 mm et de longueur de fissure initiale $2a_0 = 253$ mm. L'essai permet de définir la courbe R du matériau, donnant la résistance à la déchirure K_R en fonction de l'extension de la fissure Δa . On peut ensuite calculer à partir de cette courbe, et selon la procédure indiquée par L. Schwarmann dans Aluminium, 1991, vol.67, n° 5, p. 479, les ténacités apparente K_{c0} et effective K_c qui correspondent à la rupture d'une éprouvette virtuelle de type CCT de largeur W = 400 mm et de longueur de fissure initiale $2a_0 = 133$ mm.

- une ténacité dans le sens L-T, mesurée dans les mêmes conditions que celle dans le sens T-L, telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :

$$\begin{aligned} K_{c0} &> 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_c &> 130 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}. \end{aligned}$$

- une vitesse de propagation de fissures da/dn , mesurée dans le sens T-L selon la norme ASTM E647 pour $R = 0,1$ sur une éprouvette de type CCT de largeur $W = 160$ mm, inférieure à :

2 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 20$ MPa \sqrt{m}
 4 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 25$ MPa \sqrt{m}
 8 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 30$ MPa \sqrt{m}

Enfin, on constate, à cet état T78 particulier, un moindre abattement de la tenue en fatigue après une exposition prolongée en milieu corrosif qu'à l'état T6.

Cet ensemble de propriétés, associé au fait que l'alliage est soudable, le rend particulièrement apte à la fabrication d'éléments de structure d'avions, notamment de fuselage.

Il est également possible d'utiliser l'alliage, dans la composition préférentielle de l'invention, à l'état T6. Le niveau de propriétés obtenues à cet état T6 avec la composition préférentielle de l'invention, en matière de caractéristiques mécaniques statiques, de ténacité et de vitesse de propagation de fissures est le suivant :

- une limite d'élasticité $R_{0,2}$ (sens TL) > 350 MPa, une résistance à la rupture R_m (sens TL) > 380 MPa et un allongement A (sens TL) $> 6\%$.
- une ténacité dans le sens T-L, mesurée dans les mêmes conditions que pour l'état T78 mentionné plus haut, telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :

$K_R (\Delta a = 20 \text{ mm}) > 95$ MPa \sqrt{m}
 $K_R (\Delta a = 40 \text{ mm}) > 120$ MPa \sqrt{m}
 $K_{c0} > 85$ MPa \sqrt{m}
 $K_{c1} > 115$ MPa \sqrt{m}

- une ténacité mesurée dans le sens L-T dans les mêmes conditions, telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :

$K_{c0} > 100$ MPa \sqrt{m}
 $K_{c1} > 150$ MPa \sqrt{m} .

- une vitesse de propagation de fissures da/dn , mesurée dans les mêmes conditions qu'à l'état T78, inférieure à :

2 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 20$ MPa \sqrt{m}
 4 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 25$ MPa \sqrt{m}
 8 10^{-3} mm/cycle pour $\Delta K = 30$ MPa \sqrt{m}

Cet ensemble de propriétés, associé à la soudabilité de l'alliage, rend le produit particulièrement apte à la fabrication d'éléments de fuselage d'avions.

Le procédé de fabrication selon l'invention comporte la coulée d'une ébauche en alliage de la composition mentionnée, cette ébauche étant une plaque pour les produits laminés, une billette pour les produits filés ou un bloc de forge pour les produits forgés. L'ébauche est scalpée, puis réchauffée avant sa transformation à chaud par laminage, filage ou forgeage, et éventuellement transformée à froid. Après découpe au format approprié, le demi-produit obtenu est mis en solution à une température comprise entre 540 et 570°C, trempé, généralement à l'eau froide, et parachevé, cette dernière étape ayant essentiellement pour but de résorber les déformations du demi-produit issu de la trempe. C'est le plus souvent à cet état T4 que le produit est livré pour la mise en forme de l'élément de structure, et éventuellement son soudage. L'élément mis en forme et, le cas échéant soudé, est soumis ensuite au traitement de revenu selon l'invention.

La demanderesse a constaté qu'il est avantageux d'ajouter, avant le scalpage, une étape d'homogénéisation à une température comprise entre 540 et 570°C. Cette homogénéisation peut être du type mono-palier, ou du type bi-palier, le second palier étant à une température supérieure au premier. Elle contribue à améliorer la formabilité du produit à l'état T4, ainsi qu'à diminuer la taille de grain, ce qui conduit à une diminution de la rugosité du métal lorsque celui-ci subit un usinage chimique. Or, une rugosité trop importante peut entraîner l'amorçage de micro-fissures en fatigue. Par ailleurs, les essais ont montré que la désensibilisation à la corrosion intergranulaire est d'autant plus efficace que le métal est plus écroui à l'état T4. Cet écrouissage peut résulter des opérations de parachèvement telles que le défrapage ou le planage par rouleaux ou par traction dans le cas des tôles, et la traction ou l'étrépage dans le cas des profilés. Il peut résulter également des opérations de mise en forme des pièces par roulage, étrépage-formage, embou-

tissage, fluotournage ou pliage. Cet écrouissage, d'au moins 1%, et de préférence d'au moins 2% d'allongement permanent, peut être relativement important, par exemple jusqu'à 10%, voire 15% d'allongement permanent ; en effet, on constate, de manière surprenante, qu'un écrouissage important, bien qu'il accélère la cinétique de revenu, ne fait pas diminuer la limite d'élasticité à l'état T78 par rapport au même produit non écroui.

Cette possibilité d'utiliser un écrouissage important améliorant la résistance à la corrosion intercrystalline est particulièrement utile dans le cas, assez fréquent dans la fabrication du fuselage d'un avion, où on doit assembler des tôles minces et des profilés. La demanderesse a constaté, en effet, que la désensibilisation à la corrosion intercrystalline est plus difficile à réaliser sur les profilés que sur les tôles, sans doute à cause de la différence de structure métallurgique entre eux. Si on procède à la mise en forme séparée des tôles et des profilés, puis à leur soudage avant le revenu, celui-ci risque de conduire à une différence de résistance à la corrosion entre les parties issues de profilés et celles issues de tôles. Pour remédier à cet inconvénient, plutôt que de choisir un revenu très poussé pour désensibiliser les profilés, ce qui conduirait à une perte de résistance mécanique importante, il est préférable de garder le revenu T78 adapté à la désensibilisation des tôles, et de soumettre les profilés à un écrouissage supplémentaire pour amener leur résistance à la corrosion intercrystalline au même niveau que celle des tôles minces.

Exemples

Exemple 1

[0009] On a coulé une plaque de composition (% en poids) correspondant à l'exemple 3 du brevet EP 0787217, à savoir : Si : 0,92 Mg : 0,86 Cu : 0,87 Mn : 0,55 Fe : 0,19 Zn : 0,15 Zr : 0,10 soit $Mg/Si = 0,93$ et $Si + 2Mg = 2,64$. La plaque a été réchauffée à 530°C, scalpée, laminée à chaud puis à froid jusqu'à l'épaisseur de 3,2 mm. Des échantillons de la tôle obtenue ont été mis en solution à 550°C, trempés à l'eau, parachevés et soumis à un revenu. Pour les uns, le revenu a été de 8 h à 175°C pour obtenir l'état T6, c'est-à-dire l'état correspondant à la résistance mécanique maximale ; pour les autres, il a été de 6 h à 175°C puis 2 h à 220°C, soit un temps équivalent à 175°C de 95 h, pour obtenir l'état T78, comme indiqué dans l'exemple 3 du brevet EP 0787217.

On a mesuré les caractéristiques mécaniques dans le sens TL, à savoir la résistance à la rupture R_m (en MPa), la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% d'allongement $R_{0,2}$ (en MPa), et l'allongement à la rupture A (en %), ainsi que la sensibilité à la corrosion intercrystalline (CI) selon la norme militaire américaine MIL-H-6088. On définit une désensibilisation complète par l'absence de ramifications de corrosion de plus de 5 μm de long. Les résultats sont donnés au tableau 1 :

Tableau 1

Etat	$R_{0,2}$ (TL)	R_m (TL)	A (TL)	Sensibilité CI
T6	364	408	7	Oui
T78	304	343	8	Non

[0010] Pour l'état T78, on a mesuré également la ténacité par la méthode de la courbe R, selon la norme ASTM E 561. L'essai, effectué sur une éprouvette de type CCT de largeur $W = 760$ mm et de longueur de fissure centrale $2a_0 = 253$ mm, permet de déduire la courbe qui relie la résistance à la déchirure K_R à l'accroissement de la fissure Δa . Pour le sens T-L, on a reporté au tableau 2 la valeur de K_R pour des accroissements de fissure $\Delta a = 20$ mm et $\Delta a = 40$ mm.

La courbe R permet aussi, par exemple par la méthode de L. Schwarmann mentionnée plus haut, de déterminer par le calcul les ténacités en contrainte plane K_{c0} (ténacité apparente) et K_c (ténacité effective), en $MPa\sqrt{m}$, qui correspondent aux facteurs d'intensité de contrainte critiques pour une éprouvette CCT, qui aurait pour largeur $W = 400$ mm et pour longueur de fissure initiale $2a_0 = 133$ mm. Les résultats dans les sens T-L et L-T sont également donnés au tableau 2 :

Tableau 2

Etat	$K_R(T-L) \Delta a=20mm$	$K_R(T-L) \Delta a=40mm$	$K_{c0}(T-L)$	$K_c(T-L)$	$K_{c0}(L-T)$	$K_c(L-T)$
T78	89,5	107,5	75,2	105,9	88,8	137,8

[0011] On a mesuré également à l'état T78 la vitesse de propagation de fissure de fatigue da/dn dans le sens T-L (en mm/cycle) pour $R = 0,1$ (rapport entre contrainte minimale et maximale) et pour différentes valeurs de ΔK (en $MPa\sqrt{m}$) selon la norme ASTM E 647. Les résultats, obtenus sur éprouvettes de type CCT de largeur $W = 160$ mm,

sont indiqués au tableau 3 :

Tableau 3

Etat	$\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
T78	10^{-3}	$3 \cdot 10^{-3}$	$6,3 \cdot 10^{-3}$

Exemple 2

[0012] On a coulé une plaque de composition incluse dans la composition préférentielle de la présente invention : Si = 0,93 Mg = 0,75 Cu = 0,60 Mn = 0,63 Fe = 0,10 Zn = 0,16 ce qui correspond à Mg/Si = 0,81 et Si + 2Mg = 2,43 La plaque a été transformée dans les mêmes conditions que dans l'exemple 1, sauf en ce qui concerne le revenu à l'état T78. Une partie des échantillons a subi un revenu de 6 h à 175°C puis 5 h à 210°C, soit un temps équivalent total à 175°C de 105 h, conforme à l'enseignement préférentiel du brevet EP 0787217. Une autre partie a subi un revenu de 6 h à 175 °C puis 13 h à 190°C, soit un temps équivalent total à 175°C de 55 h, conforme à la présente invention. On a procédé pour les états T6 et T78 105 h et 55 h aux mêmes mesures que dans l'exemple 1. Les résultats sont rassemblés aux tableaux 4,5 et 6.

Tableau 4

Etat	$R_{0,2}$ (TL)	R_m (TL)	A (TL)	Sensibilité CI
T6	360	397	7,5	Oui
T78 (105 h)	305	337	10,5	Non
T78 (55 h)	339	367	9,2	Non

[0013] On constate que le revenu à 55 h de temps équivalent améliore nettement la résistance mécanique par rapport à celui à 105 h de temps équivalent, tout en présentant la même désensibilisation à la corrosion inter cristalline.

Tableau 5

Etat	K_R (T-L) $\Delta a=20\text{mm}$	K_R (T-L) $\Delta a=40\text{mm}$	K_{c0} (T-L)	K_c (T-L)	K_{c0} (L-T)	K_c (L-T)
T6	101,1	126,2	87,9	121,7	104,4	155,1
T78 105h	94,4	119,6	83,1	117,5	91,6	137,9
T78 55h	96,5	125	86,9	125,7		

[0014] On constate d'une part qu'à revenu identique, la variation de composition entre l'exemple 1 et l'exemple 2 conduit à une amélioration de la ténacité, quelque soit le paramètre de mesure utilisé, et que d'autre part, à composition identique, le revenu à 55 h de temps équivalent améliore également la ténacité.

Tableau 6

Etat	$\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
T6	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
T78 (105 h)	10^{-3}	$2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$
T78 (55 h)	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$

[0015] On constate qu'avec le revenu et la composition préférentielle selon l'invention, il n'y a pas de dégradation de da/dn entre l'état T6 et l'état T78.

[0016] Sur les mêmes tôles à l'état T6 et T78, on a prélevé des ébauches d'éprouvettes de fatigue qui ont été exposées pendant un an en atmosphère marine sur la côte méditerranéenne. Après usinage, les éprouvettes, présentant un facteur de concentration de contrainte proche de 1, ont été testées en fatigue-endurance, pour déterminer le nombre de cycles à rupture, à différents niveaux de contrainte et à la fréquence de 30Hz, pour un rapport de charge R = 0,1. Les résultats sont représentés à la figure 1 sous la forme de courbes de Wöhler, à la fois sur le matériau non corrodé (en traits pleins) et sur les éprouvettes corrodées (points individuels).

Ces résultats montrent l'avantage du traitement T78 par rapport au traitement T6 en terme d'abatement de la tenue en fatigue après exposition à la corrosion.

Exemple 3

[0017] On a coulé 3 plaques en alliages A, B et C, dont les compositions (en poids %), incluses dans le domaine de composition préférentiel de l'invention, et les épaisseurs finales de laminage e , sont indiquées au tableau 7 :

Tableau 7

alliage	e (mm)	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Zn	Si+2Mg
A	1,4-3,2	0,93	0,75	0,60	0,63	0,10	0,16	2,43
B	4-8	0,91	0,76	0,64	0,59	0,13	0,17	2,43
C	4,5-6	0,94	0,80	0,64	0,56	0,10	0,13	2,54

[0018] Les plaques ont été transformées de manière identique à celles des exemples précédents jusqu'au revenu, à ceci près que, pour les épaisseurs supérieures ou égales à 4,5 mm, indiquées au tableau 7, il n'y a pas eu de laminage à froid. On a effectué pour tous les échantillons le même revenu 6 h à 175°C + 13 h à 190°C, soit un temps équivalent total à 175°C de 55 h. On a effectué les mêmes mesures que dans les exemples précédents : caractéristiques mécaniques statiques sens TL $R_{0,2}$ (en MPa), R_m (en MPa) et A (en %), sensibilité à la corrosion intergranulaire, ténacité sens T-L (en MPa \sqrt{m}), et vitesse de propagation de fissures (sens T-L). Les résultats sont indiqués aux tableaux 8, 9 et 10.

Tableau 8

Alliage-ép.	$R_{0,2}$ (TL)	R_m (TL)	A (TL)	Sensibilité CI
A 1,4 mm	337	363	8,3	Non
A 3,2 mm	339	367	9,2	Non
B 4 mm	340	369	9,1	Non
B 8 mm	345	371	8,9	Non
C 4,5 mm	337	367	9,4	Non
C 6 mm	351	379	9,4	Non

Tableau 9

Alliage-ép.	$K_{R(T-L)} \Delta a=20\text{mm}$	$K_{R(T-L)} \Delta a=40\text{mm}$	$K_{co} (T-L)$	$K_c (T-L)$
A 1,4 mm	90	122,5	85,5	129,7
A 3,2 mm	95,5	125	86,9	125,7
B 8 mm	110	134	93,8	126,1
C 4,5 mm	98,5	121,5	84,9	114,7

Tableau 10

Alliage-ép.	$\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{m}$	$\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{m}$
A 1,4 mm	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$5,2 \cdot 10^{-3}$
A 3,2 mm	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$4,8 \cdot 10^{-3}$
B 8 mm	$8 \cdot 10^{-4}$	$2,3 \cdot 10^{-3}$	$4,1 \cdot 10^{-3}$
C 4,5 mm	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$2,8 \cdot 10^{-3}$	$4,3 \cdot 10^{-3}$

[0019] On constate que, pour toutes les épaisseurs, et qu'il y ait eu ou non un laminage à froid, les valeurs mesurées pour les caractéristiques mécaniques statiques et les ténacités sont supérieures aux valeurs minimales indiquées plus haut pour l'état T78, et les vitesses de propagation de fissures da/dN sont inférieures aux valeurs maximales indiquées plus haut pour ce même état.

Exemple 4

[0020] On a coulé un alliage de composition (% en poids) : Si = 1,01 Mg = 0,71 Cu = 0,67 Mn = 0,55 Fe = 0,14 Zn = 0,15 reste aluminium.

Une première plaque de cet alliage a été soumise à la gamme de fabrication A comportant les étapes suivantes : homogénéisation de 4 h à 540°C + 24 h à 565°C, scalpage, réchauffage à 530°C, laminage à chaud d'une bande jusqu'à 4,5 mm, débitage de la bande en tôles, mise en solution au four à air de 40 mn à 550°C, trempe à eau, parachèvement, revenu T6 de 8 h à 175°C.

Une seconde plaque a subi une gamme de fabrication B comportant les mêmes étapes à l'exception de l'homogénéisation préalable. On a mesuré à l'état T4 (avant revenu) la taille de grain (épaisseur e et longueur l), en surface et à mi-épaisseur de la tôle, par microscopie optique sur coupe polie, ainsi que la distribution des dispersoïdes Al-Mn-Si en microscopie électronique en transmission. Cette distribution est évaluée par le paramètre ECD (Equivalent Circle Diameter) = $\sqrt{4A/\pi}$ dans lequel A est l'aire des phases observées sur la coupe micrographique. Pour caractériser la formabilité, on utilise le paramètre LDH (Limit Dome Height). Ce paramètre est défini dans la demande de brevet EP 1045043 au nom de la demanderesse. Les résultats sont indiqués au tableau 11 :

Tableau 11

Gamme	e grain surface (μm)	l grain surface (μm)	e grain mi-ép. (μm)	l grain mi-ép. (μm)	ECD (nm)	LDH (mm)
A	27	143	23	140	271	92
B	40	316	30	320	108	73

On constate qu'à l'état T4, c'est-à-dire l'état dans lequel les tôles sont livrées le plus souvent au constructeur aéronautique qui effectue la mise en forme, puis le revenu, la gamme A avec homogénéisation conduit à une taille de grain plus faible, et donc une rugosité plus faible après usinage chimique, et une meilleure formabilité.

[0022] On a comparé également les caractéristiques mécaniques statiques $R_{0,2}$ (en MPa), R_m (en MPa) et A (en %) sens L et TL à l'état T6 pour les deux gammes. Les résultats sont indiqués au tableau 12 :

Tableau 12

Gamme	$R_{0,2}$ (TL)	R_m (TL)	A (TL)	$R_{0,2}$ (L)	R_m (L)	A (L)
A	361	390	11,3	374	386	12,0
B	359	389	10,5	367	386	12,7

[0023] On peut conclure que l'homogénéisation n'a pas d'effet significatif sur les caractéristiques mécaniques à l'état T6.

Exemple 5

[0024] On a coulé une plaque en alliage de composition (% en poids) : Si = 0,82 Mg = 0,68 Cu = 0,55 Mn = 0,57 Fe = 0,13 Zn = 0,14 reste aluminium.

Cette plaque a été soumise à la gamme de fabrication suivante : homogénéisation de 4 h à 540°C + 24 h à 565°C, scalpage, réchauffage à 530°C, laminage à chaud d'une bande jusqu'à 5 mm, débitage de la bande en tôles, mise en solution au four à air de 40 mn à 550°C, trempe à eau, parachèvement, revenu T78 de 6 h à 175°C + 13 h à 190°C (soit 55 h de temps équivalent à 175°C).

On a mesuré les caractéristiques mécaniques statiques $R_{0,2}$, R_m (en MPa) et A (en %) sens TL à cet état T78, ainsi que la ténacité sens T-L (en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$), la vitesse de propagation de fissures sens T-L, et la sensibilité à la corrosion intercrystalline de la même manière qu'aux exemples 1, 2 et 3. Les résultats sont indiqués aux tableaux 13, 14 et 15 :

Tableau 13

Gamme	$R_{0,2}$ (TL)	R_m (TL)	A (TL)	Sensibilité CI
Homog.+T78	337	359	11	Non

Tableau 14

Etat	$K_R(T-L) \Delta a=20\text{mm}$	$K_R(T-L) \Delta a=40\text{mm}$	$K_{co}(T-L)$	$K_c(T-L)$
Homog + T78	115	142	98,8	136

Tableau 15

Etat	$\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
Homog.+T78	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$	$4,0 \cdot 10^{-3}$

[0025] Si on compare ces résultats à ceux du tableau 4 de l'exemple 2, on remarque que, à l'état T78 également, l'homogénéisation n'a pas d'effet significatif sur les caractéristiques mécaniques, la vitesse de propagation de fissures ni sur la sensibilité à la corrosion intergranulaire, mais semble augmenter la ténacité mesurée par la courbe R.

Exemple 6

[0026] On a prélevé des échantillons sur les tôles de l'exemple 3 et de l'exemple 5 à différentes épaisseurs et avec différents types de parachèvement, comportant l'une au moins des opérations de défrichage (D), planage par rouleaux (P) ou planage par traction (T). On a mesuré dans chaque cas la limite d'élasticité $R_{0,2}$ dans le sens TL (en MPa) à l'état T4 et à l'état T78, ainsi que la sensibilité à la corrosion intergranulaire à l'état T78. Cette corrosion a été qualifiée de « légère » lorsqu'elle fait apparaître des piqûres avec de courtes ramifications intergranulaires. Les résultats sont indiqués au tableau 16 :

Tableau 16

Ex.-alliage	e (mm)	Parach.	$R_{0,2}$ (TL) T4	$R_{0,2}$ T78	Sens. CI
3 A	1,4	D+P+T	218	337	Non
3 A	3,2	D+P+T	215	339	Non
3 B	4	D+P+T	218	340	Non
3 B	8	T	181	345	Légère
3 C	4,5	D+P+T	203	337	Non
3 C	6	T	198	351	Légère
5	2,2	D+P+T	179	340	Oui
5	2,2	D+P+T	211	336	Légère
5	2,5	D+P+T	224	332	Non
5	2,5	D+P+T	200	330	Légère
5	3,2	D+P+T	245	326	Non
5	5	P+T	218	337	Non

[0027] Les résultats reportés à la figure 2 montrent, pour une composition donnée, une corrélation nette entre la résistance à la corrosion intergranulaire à l'état T78 et la limite d'élasticité à l'état T4.

Exemple 7

[0028] A partir de la tôle correspondant à la 7^{ème} ligne du tableau 14 (composition de l'exemple 5, épaisseur 2,2 mm), on a réalisé en laboratoire différents parachèvements à l'état T4 consistant en une traction contrôlée à 3,2% d'allongement permanent, et un laminage à froid à différents niveaux d'allongement permanent entre 2,6 et 8,7%. Les échantillons ainsi obtenus ont été soumis d'une part à un revenu A de 6 h à 175°C + 13h à 190°C, correspondant à un état T78 avec temps équivalent à 175°C de 55 h, et d'autre part à un revenu B de 6 h à 175°C + 6 h à 190°C, état légèrement sur-revenu avec un temps équivalent à 175°C de 31 h, permettant d'exacerber la sensibilité à la corrosion intergranulaire. On a mesuré la limite d'élasticité (en MPa) et l'allongement (en %) sens TL à l'état T4 et la limite

d'élasticité sens TL à l'état T78 après revenu A (tableau 17), ainsi que la sensibilité à la corrosion inter cristalline pour les revenus A et B, en indiquant la profondeur de l'attaque (en μm) et l'étendue de l'attaque en % de la surface affectée (tableau 18).

Tableau 17

Parachèvement	$R_{0,2}$ (T4-TL)	$R_{0,2}$ (T78-TL)	A (T4-TL)
Sans	191	337	24,6
Traction 3,2%	234	330	21,7
Laminage 2,6%	235	333	21,4
Laminage 3,5%	236	332	21,1
Laminage 5,3%	261	336	18,7
Laminage 8,7%	285	340	16,4

Tableau 18

Parachèvement	Revenu A Sensibilité CI	Profondeur Etendue	Revenu B Sensibilité CI	Profondeur Etendue
Sans	Oui	190 μm -10%	Oui	150 μm -20%
Traction 3,2%	Légère	10 μm	Oui	140 μm -1%
Laminage 2,6%	Légère	10 μm	Oui	190 μm -5%
Laminage 3,5%	Non	-	Oui	125 μm -10%
Laminage 5,3%	Non	-	Oui	25 μm -1%
Laminage 8,7%	Non	-	Non	-

[0029] On constate à nouveau la corrélation entre la limite d'élasticité à l'état T4 et la désensibilisation à la corrosion inter cristalline à l'état T78. On constate par ailleurs qu'un taux d'érouissage élevé n'entraîne pas de dégradation de la limite d'élasticité après revenu, comme on aurait pu s'y attendre, puisqu'on accélère la cinétique de revenu.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un élément de structure d'avion à partir de produits laminés, filés ou forgés en alliage d'aluminium comportant :

- la coulée d'une ébauche de composition (% en poids) :
Si : 0,7 - 1,3 Mg : 0,6 - 1,1 Cu : 0,5 - 1,1 Mn : 0,3 - 0,8 Zn < 1 Fe < 0,30 Zr < 0,20 Cr < 0,25 autres éléments < 0,05 chacun et < 0,15 au total, reste aluminium,
- la transformation à chaud, et éventuellement à froid, de cette ébauche pour obtenir un produit,
- la mise en solution du produit entre 540 et 570°C,
- la trempe du produit,
- la réalisation de l'élément de structure par mise en forme du produit, et éventuellement soudage,
- le revenu de l'élément de structure, en un ou plusieurs paliers, pour lequel le temps équivalent total à 175°C exprimé en heures est compris entre $(-160 + 57\gamma)$ et $(-184 + 69\gamma)$, γ étant la somme des teneurs en % en poids Si + 2Mg + 2Cu.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'ébauche est homogénéisée à une température comprise entre 540 et 570°C.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** le produit trempé est soumis, avant revenu, à un érouissage à froid conduisant à un allongement permanent compris entre 1 et 15%.

4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** l'écrouissage à froid conduit à un allongement permanent compris entre 2 et 10%.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** le revenu a un temps équivalent total à 175°C (en h) compris entre $(-150 + 57\gamma)$ et $(-184 + 69\gamma)$.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la composition des produits est la suivante (% en poids) :
Si : 0,7 - 1,1 Mg : 0,6 - 0,9 Cu : 0,5 - 0,7 Mn : 0,3 - 0,8 Zr < 0,2 Fe < 0,2 Zn < 0,5 Cr < 0,25 Mg/Si < 1, Si + 2Mg : 2,0 - 2,6 autres éléments < 0,05 chacun et 0,15 au total, reste aluminium.
7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** Si + 2Mg est compris entre 2,3 et 2,6.
8. Procédé selon l'une des revendications 6 ou 7, **caractérisé en ce que** le temps équivalent total de revenu à 175°C est compris entre 40 et 65 h.
9. Procédé de fabrication d'un élément de structure d'avion selon l'une des revendications 3 à 8, **caractérisé en ce qu'il** comporte l'assemblage de tôles et de profilés et que les profilés subissent avant assemblage et revenu un écrouissage supplémentaire par rapport aux tôles de manière à porter leur résistance à la corrosion intercrystalline sensiblement au même niveau.
10. Élément de fuselage d'avion, **caractérisé en ce qu'il** est réalisé à partir d'un produit laminé, filé ou forgé en alliage de composition (% en poids) :
Si : 0,7 - 1,1 Mg : 0,6 - 0,9 Cu : 0,5 - 0,7 Mn : 0,3 - 0,8 Zr < 0,2 Fe < 0,2 Zn < 0,5 Cr < 0,25 Mg/Si < 1, Si + 2Mg : 2,0 - 2,6 autres éléments < 0,05 chacun et 0,15 au total, reste aluminium, mis en solution, trempé, formé et revenu à l'état T78 avec un temps équivalent total à 175°C compris entre 40 et 65 h.
11. Élément de fuselage selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** Si + 2Mg est compris entre 2,3 et 2,6.
12. Élément de fuselage selon l'une des revendications 10 ou 11, **caractérisé en ce qu'il** présente dans le sens TL, une limite d'élasticité $R_{0,2} > 330$ MPa, une résistance à la rupture $R_m > 360$ MPa et un allongement $A > 8\%$.
13. Élément de fuselage selon l'une des revendications 10 à 12, **caractérisé en ce qu'il** présente une ténacité en contrainte plane dans le sens T-L telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :
 $K_R (\Delta a = 20 \text{ mm}) > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
 $K_R (\Delta a = 40 \text{ mm}) > 115 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
 $K_{c0} > 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
 $K_c > 110 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
14. Élément de fuselage selon l'une des revendications 10 à 13, **caractérisé en ce qu'il** présente une ténacité en contrainte plane dans le sens L-T telle que :
 $K_{c0} > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ou $K_c > 130 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.
15. Élément de fuselage selon l'une des revendications 10 à 14, **caractérisé en ce qu'il** présente une vitesse de propagation de fissures da/dn , mesurée dans le sens T-L pour $R = 0,1$, inférieure à :
 $2 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle}$ pour $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
 $4 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle}$ pour $\Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
 $8 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle}$ pour $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
16. Élément de fuselage réalisé à partir d'un produit laminé, filé ou forgé en alliage de composition (% en poids) :
Si : 0,7 - 1,1 Mg : 0,6 - 0,9 Cu : 0,5 - 0,7 Mn : 0,3 - 0,8 Zr < 0,2 Fe < 0,2 Zn < 0,5 Cr < 0,25 Mg/Si < 1, Si + 2Mg : 2,0 - 2,6 autres éléments < 0,05 chacun et 0,15 au total, reste aluminium, mis en solution, trempé, formé et revenu à l'état T6.
17. Élément de fuselage selon la revendication 16, **caractérisé en ce qu'il** présente dans le sens TL, une limite

d'élasticité $R_{0,2} > 350$ MPa, une résistance à la rupture $R_m > 380$ MPa et un allongement $A > 6\%$.

18. Elément de fuselage selon l'une des revendications 16 ou 17, **caractérisé en ce qu'il** présente une ténacité en contrainte plane dans le sens T-L telle que l'une au moins des propriétés suivantes soit vérifiée :

$$\begin{aligned} K_R (\Delta a = 20 \text{ mm}) &> 95 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_R (\Delta a = 40 \text{ mm}) &> 120 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_{c0} &> 85 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ K_c &> 115 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

19. Elément de fuselage selon l'une des revendications 16 à 18, **caractérisé en ce qu'il** présente une ténacité en contrainte plane dans le sens L-T telle que :

$$K_{c0} > 100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \quad \text{ou} \quad K_c > 150 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}.$$

20. Elément de fuselage selon l'une des revendications 16 à 19, **caractérisé en ce qu'il** présente une vitesse de propagation de fissures da/dn , mesurée dans le sens T-L pour $R = 0,1$ inférieure à :

$$\begin{aligned} 2 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle} &\text{ pour } \Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ 4 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle} &\text{ pour } \Delta K = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \\ 8 \cdot 10^{-3} \text{ mm/cycle} &\text{ pour } \Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

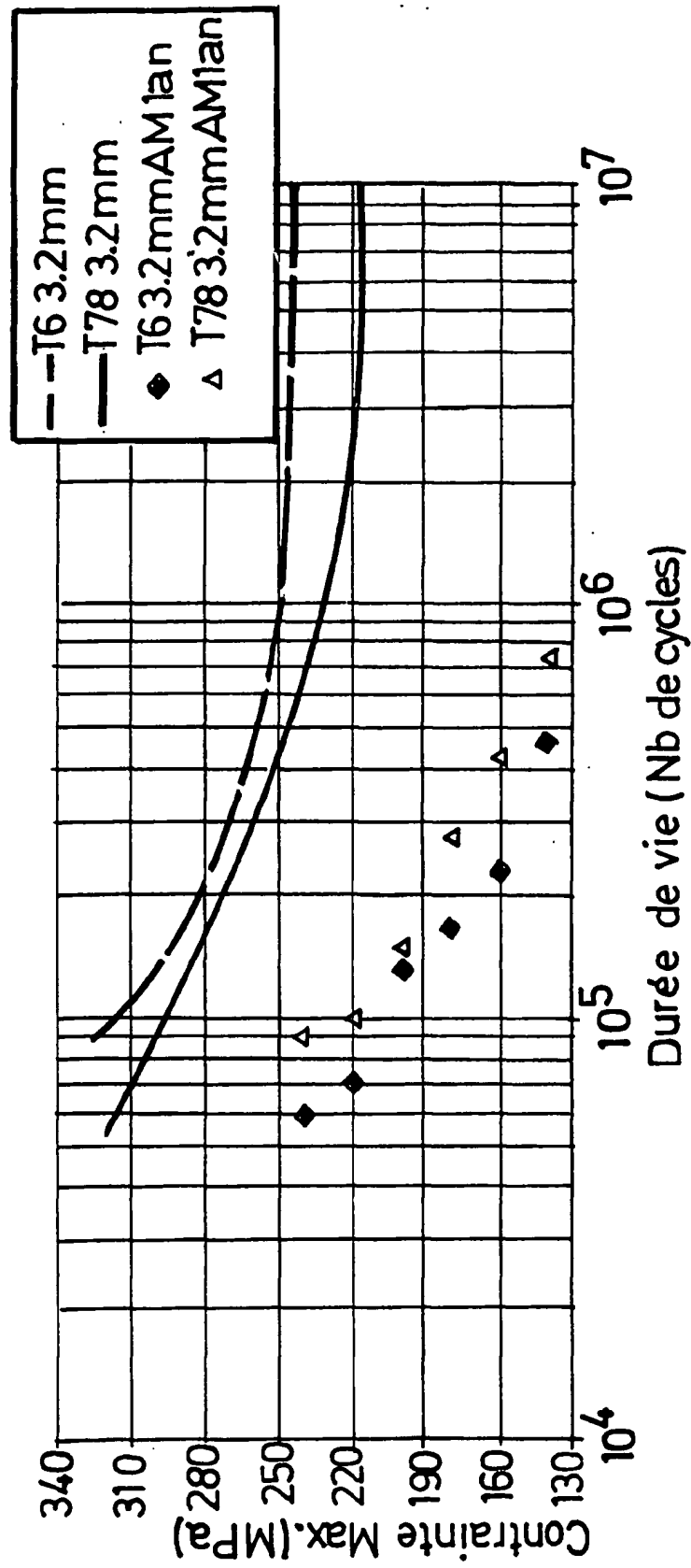
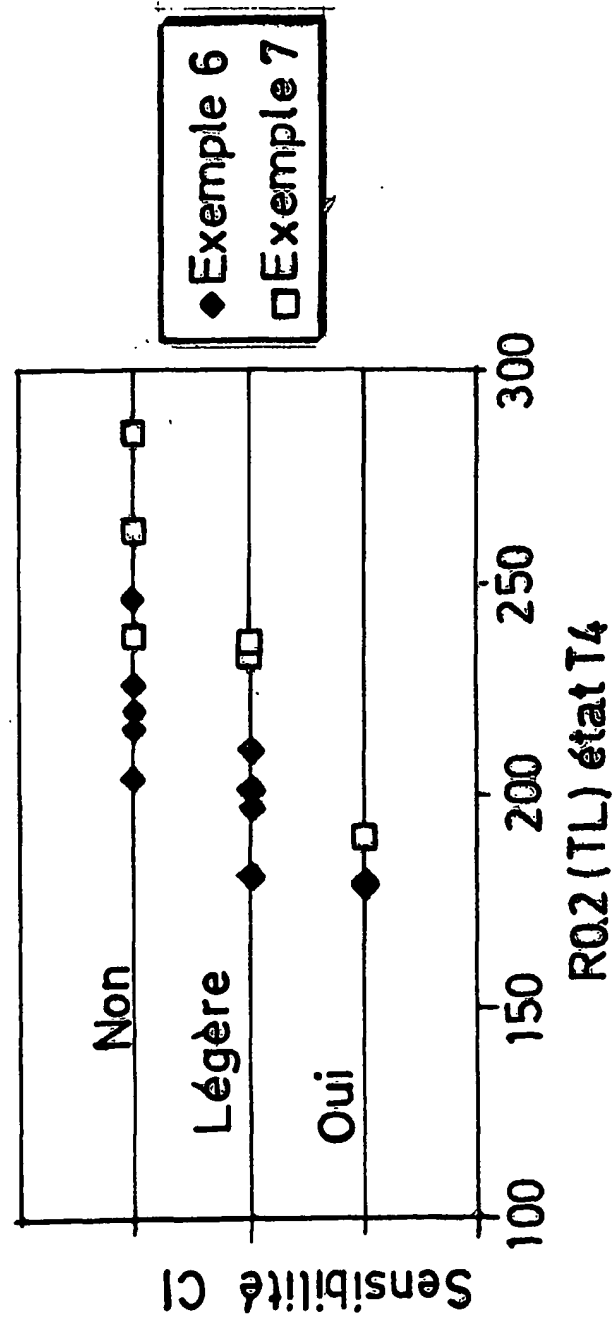


FIG.1

**FIG.2**



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 42 0078

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
D, X	US 5 858 134 A (BECHET DENIS ET AL) 12 janvier 1999 (1999-01-12) * revendications 1,4,5; exemple 3 * -----	1-20	C22F1/05 C22F1/057 C22C1/08
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			C22F C22C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 18 juillet 2001	Examineur Gregg, N
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 42 0078

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

18-07-2001

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5858134 A	12-01-1999	FR 2726007 A	26-04-1996
		CA 2202184 A	02-05-1996
		DE 69502508 D	18-06-1998
		DE 69502508 T	10-09-1998
		EP 0787217 A	06-08-1997
		WO 9612829 A	02-05-1996
		JP 10512924 T	08-12-1998

EPO FORM P460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82